

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-071713  
(43)Date of publication of application : 23.04.1985

---

(51)Int.CI. D01F 6/90  
C08L 67/00  
C08L 77/00  
D01F 1/07  
D01F 6/92  
// (C08L 67/00  
C08L 63:02 )  
(C08L 77/00  
C08L 63:02 )

---

(21)Application number : 58-176493  
(22)Date of filing : 26.09.1983

(71)Applicant : DAINIPPON INK & CHEM INC  
(72)Inventor : IIZAKA YOJI  
NISHIMURA TSUNEHIKO  
KOBAYASHI NOBUO

---

## (54) FLAME RETARDANT SYNTHETIC FIBER

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** The titled fibers without falling off of a flame retardant obtained by adding a high-molecular weight halogenated bisphenol A based phenoxy resin having a specific sum of epoxy value and phenolic acid value and halogen content to a thermoplastic polyester, etc., and spinning the resultant thermoplastic resin composition.

**CONSTITUTION:** Flame retardant synthetic fibers obtained by adding (B) 3W80pts. wt. high-molecular weight halogenated bisphenol A based phenoxy resin which is an addition reaction product, consisting essentially of a halogenated bisphenol A diglycidyl ether and a halogenated bisphenol A, and having  $\leq 10$ (mg KOH/g) sum of the epoxy value and phenolic acid value and  $\geq 20$ wt% halogen content to(A) 100pts.wt. thermoplastic polyester resin, e.g. polyethylene terephthalate, and/or thermoplastic polyamide resin, e.g. nylon 6, and spinning the resultant thermoplastic resin composition.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office**

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開  
 ⑫ 公開特許公報 (A) 昭60-71713

⑬ Int.CI. <sup>1</sup>	識別記号	厅内整理番号	⑭ 公開 昭和60年(1985)4月23日
D 01 F 6/90		6791-4L	
C 08 L 67/00		6911-4J	
	77/00	8416-4J	
D 01 F 1/07		6791-4L	
	67/92	6791-4L	
//(C 08 L 67/00			
	68/02)		
(C 08 L 77/00			
	63/02)		

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 難燃性合成繊維

⑯ 特 願 昭58-176493  
 ⑰ 出 願 昭58(1983)9月26日

⑱ 発明者 飯坂 陽治 堺市新金岡3-4-1-203  
 ⑲ 発明者 西村 恒彦 東大阪市山手町9-36  
 ⑳ 発明者 小林 輝生 川口市本町4-5-8  
 ㉑ 出願人 大日本インキ化学工業 東京都板橋区坂下3丁目35番58号  
 株式会社  
 ㉒ 代理人 弁理士 高橋 勝利

明細書

1. 発明の名称

難燃性合成繊維

2. 特許請求の範囲

熱可塑性ポリエスチル樹脂及び/又は熱可塑性ポリアミド樹脂100重量部に対し、ハロゲン化ビスフェノールAジグリシジルエーテルとハロゲン化ビスフェノールAとを主成分とする付加反応生成物であつて、エポキシ価とフェノール性酸価の和が1.0( $\text{mgKOH/g}$ )以下且つハロゲン含有率が2.0重量%以上である高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂3~80重量部を添加した熱可塑性樹脂組成物を筋糸してなる難燃性合成繊維。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、難燃性の合成繊維、特に高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂を添加した難燃性ポリ

エステル繊維及び難燃性ポリアミド繊維に関するものである。

ポリエチレンテレフタート、ポリブチレンテレフタートの如き熱可塑性ポリエスチル樹脂を主体とする繊維や、ナイロン6、ナイロン66の如き熱可塑性ポリアミド樹脂を主体とする繊維は、優れた性質を有しており、衣料用、工業用をとわざあらゆる分野で利用されてきた。

一方、火災予防の観点から繊維製品の火災に対する安全性の要求が高まり、これらの繊維に高い難燃性を付与することが要求されている。

ポリエスチル繊維やポリアミド繊維は可燃性であり、これらを難燃化する方法は種々提案されている。最も一般的な方法は、繊維成いは繊維製品の状態に於いて、ハロゲン、硝、窒素、硫黄等を含む難燃性化合物で後処理することにより難燃性を付与するものであるが、効果が一時的であり、

付与した難燃剤が洗濯やドライクリーニング等により比較的容易に脱落し、難燃効果が低下するという欠点がある。これに対し、ハロゲンや燐を含有する難燃性モノマー成分を共重合する方法では水溶性的な難燃効果が期待されるものの、高温の反応条件下で著しく着色したり、重合時に分子量が上り難く、物性低下が大きい欠点がある。また、重合開始後から紡糸前の工程で難燃剤を練りこむ方法では、樹脂に溶解しない難燃剤の場合には紡糸時フィルターの詰まりや早糸切れのような不都合な現象が起りやすく、樹脂に溶解する難燃剤の場合でも低分子量のものは紡糸中、昇華、ブリード(浸み出し)、分解等の欠点がみられ、難燃剤を高分子量化しようとの試みもみられるが、樹脂との相溶性、ポリマー溶融粘度への悪影響、ポリマー物性の低下、紡糸後の繊維或いはその製品の燃焼時に溶融滴下が激しくなる等の欠点もみられ、実用性の高い難燃剤がないのが現状である。

ハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂3~80重量部を添加した熱可塑性樹脂組成物を紡糸してなる難燃性合成繊維を提供するものである。

本発明で用いる熱可塑性ポリエステルとは、テレフタル酸、イソフタル酸、オルソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、 $\alpha$ 、 $\beta$ -ビス(4-カルボキシフェノキシ)エタン、5-ナトリウムスルホイソフタル酸の如き芳香族ジカルボン酸又はそのエステル形成性誘導体と、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタジオール、ペンタンジオール、ネオペンチルグリコール、ヘキサンジオール、オクタンジオール、デカンジオール、シクロヘキサンジメタノール、ハイドロキサン、ビスフェノールA、2,2-ビス(4-ヒドロキシエトキシフェニル)プロパン、テトラブロモビスフェノールA-エチレン

ある。

本発明者等は、上述の如きポリエステル樹脂やポリアミド樹脂の難燃化に於ける種々の欠点の存在に鑑み、こうした欠点のない難燃性合成繊維を得るべく研究開発した結果、熱可塑性のポリエステル樹脂やポリアミド樹脂の難燃化に際して、樹脂との相溶性が良好で溶融特性や物性への悪影響が少なく、昇華性や繊維表面へのブリードがない、実用性価値の高いポリマー型難燃剤を見い出して、本発明を完成するに至つた。

すなわち、本発明は、熱可塑性ポリエステル樹脂及び/又は熱可塑性ポリアミド樹脂100重量部に対し、ハロゲン化ビスフェノールAジグリシジルエーテルとハロゲン化ビスフェノールAとを主成分とする付加反応生成物であつて、エポキシ価とフェノール性酸価の和が1.0( $\text{mgKOH/g}$ )以下且つハロゲン含有率が2.0重量%以上である高分子量

オキサイド付加物などの如きグリコール類とから得られる線状高分子量のポリエステルのことであり、特に好ましいポリエステルはポリエチレンテレフタート、ポリブチレンテレフタートである。尚、これらのポリエステルは少割合のアジピン酸、セバチン酸、デカンジカルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸の如き脂肪族カルボン酸、グリコール酸、ヒドロキシ酪酸、ヒドロキシ安息香酸、ナフタルグリコール酸の如きヒドロキシカルボン酸、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコールの如きポリアルキレンエーテルグリコール、ブチロラクトン、バレロラクトン、カブロラクトンの如きラクトン化合物、或いは熱可塑性を保持しうる範囲内でトリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、グリセリン、ベンタエリスリトール、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸の如き多官能エステル形成性成分を含んでいてもよい。

本発明で用いる熱可塑性ポリアミド樹脂としては、アミド基を含有する樹脂であり、ラクタムの閉環重合物、ジアミンと二塩基酸の重総合物、 $\omega$ -アミノ酸の自己重総合物など、またはそれらの共重合により得られるもので、具体的には、ポリカブロミド、ポリラウラミド、ポリヘキサメチレン・アジパミド、ポリヘキサメチレン・セバカミド、ポリヘキサメチレン・ラウラミド、ポリキシリレン・アジパミド、又はこれらの共重合物等、全ての公知のポリアミドが挙げられ、特に好ましいポリアミドはポリカブロミド（ナイロン6）、ポリヘキサメチレン・アジパミド（ナイロン66）である。尚、本発明に使用するポリアミド樹脂には、アミド基と共にエスチル基、エーテル基、ウレタン基、イミド基、尿素基、カーボネート基、ケトン基、酸無水物基、スルホン基等の連結基を含み、アミド成分とランダム重合、ブロック共重合、グラフト共重合ないしは熱可

塑性を有する範囲で網状化していてもよく、ポリエーテルアミド、ポリエステルアミド、ポリアミドイミド、エラストマー変性ポリアミド等も含まれる。

他方、高分子量ハログン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂は、本発明で用いる熱可塑性樹脂組成物の燃焼剤成分として用いられるものであつて、その主体となるハログン化ビスフェノールAとしては、ベンゼン核の水素原子の一部もしくは全部を塩素または臭素原子で置換したものであり、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-クロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-ブロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-2,3,5-トリクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-2,

3,5-トリブロモフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-2,3,5,6-テトラクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-2,3,5,6-テトラブロモフェニル)プロパンが挙げられる。

高分子量ハログン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂は、例えば、前記したハログン化ビスフェノールAとエピクロルヒドリンの縮合で得られるハログン化ビスフェノールAジグリシンジルエーテルとハログン化ビスフェノールAとハログン含有量が20重量%以上となる割合で混合した混合物を、触媒の存在下で80～250℃に加熱し、エポキシ価とフェノール性酸価の和が1.0( $\text{mgKOH/g}$ )以下になる様に反応させて得ることができる。この際、ハログン含有率が20重量%を越える範囲内で、他の二官能のエポキシ化合物、フェノール化合物、ヒドロキシ化合物、ジカルボン酸、例えばビスフェノールAジグリシンジルエーテ

ル、ジフェニルスルホンジグリシンジルエーテル、テトラブロモジフェニルスルホンジグリシンジルエーテル、1,6-ヘキサンジグリシンジルエーテル、ビスフェノールA、ジヒドロキシジフェニルスルホン、テトラブロモジフェニルスルホン、1,6-ヘキサンジオール、イソフタル酸等を併用し、変性してもよい。

この種の反応は通常の反応釜を用いて製造することが可能であるが、当該フェノキシ樹脂の重合度が高くなるにつれて急速に溶融粘度が上昇するようになり、製造作業面での困難さも増すという傾向にあるため、一般には特殊な熱媒体加熱方式の高粘度樹脂用反応釜を使用している。

当該フェノキシ樹脂の一層合理的な製造方法としては、次の如き要旨の方法を採用すればよく、それによつて本発明組成物を得るのが一層容易で、かつ、一層確実なものとなろう。すなわち

## ① まず、反応すべき前記のハロゲン化ビスフェノール

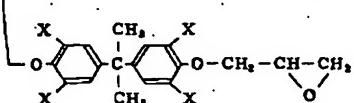
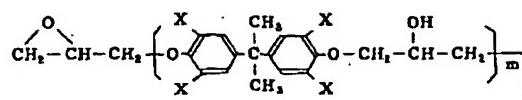
△（必要により、ビスフェノールAを併用してもよい；以下同様）とハロゲン化ビスフェノールAジグリシルエーテルとの両成分を、通常の反応釜で、製造上最も有利な反応率まで予偏反応せしめ、次いでこの予偏反応物を単軸もしくは多軸押出機、コニーダーまたは加熱ロールなどの混練機で混練し、反応を行なわしめる方法。

## ② 次に、反応すべき前記のハロゲン化ビスフェノール

Aとハロゲン化ビスフェノールAジグリシルエーテルとの両成分を、通常の反応釜で、上記①と同じにして予偏反応物を得たのち、別の取出し容易な容器または場所に移してから、所定の加温下に保持して反応を行なわしめる方法、および

## ③ 第三には、ハロゲン化ビスフェノールAとハロゲン化ビスフェノールAジグリシルエーテルとを結合させて

得られる、一般式

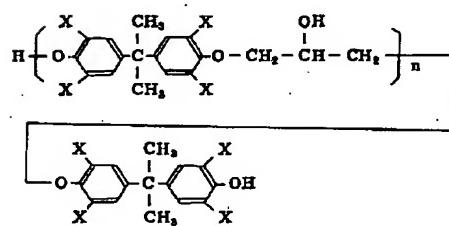


但し、式中のXはH、C6またはBr原子であり、

mは平均重合度で1.5～1.0なる整数または小数であるものとする。

で示されるハロゲン含有率20重量%以上の末端エポキシ基を有するハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂と、ハロゲン化ビスフェノールAジグリシルエーテルにハロゲン化ビスフェノールAを反応させて得られる、

一般式



但し、式中のXはH、C6またはBr原子であり、  
nは平均重合度で1.5～1.0なる整数または小数であるものとする。

で示されるハロゲン含有率20重量%以上の末端OH基を有するハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂と、単軸もしくは多軸押出機、コニーダーまたは加熱ロールなどの混練機で混練し、反応を行なわしめ、必要に応じ更に熟成を行なう方法などである。

このさい、必要により着色防止安定剤を添加することもできる。

本発明で用いる高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂の末端官能基であるフェノール性水酸基およびエポキシ基の定量は以下に記載する方法で行なつた。

## (1) フェノール性酸価の定量

ハロゲン化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂3.8gC  
トルエン/ベンジルアルコール=2/1(重量比)の混  
合溶剤2.5gを加え、100℃で加熱溶解した後、フェノ  
ールフタレインを指示薬とし、1/10Nアルコール性KOH  
で滴定し、次式に従つてフェノール性酸価を算出する。

$$\text{フェノール性酸価} (\text{mg KOH/g}) = \frac{5.610 \times A \times F}{W} \times 1000$$

A：中和に要した1/10Nアルコール性KOHのml数

F：1/10Nアルコール性KOHの力値

W：試料の重量(g)

特開昭60- 71713(5)

## (2) エポキシ価の定量

ハロゲン化ビスフェノールA型エノキシ樹脂3gに  
塩酸/ビリジン=16/484(容量比)溶液5ml及びベ  
ンジルアルコール100gを加え、時々攪拌しながら  
20分間攪拌する。その後、加温のまゝフェノールフタ  
レインを指示薬とし、未反応のビリジウムクロライドを  
1/10Nアルコール性KOHで逆滴定し、次式に従つてエ  
ポキシ価を算出する。

$$\text{エポキシ価} (\text{mgKOH/g}) = \frac{5.610 \times (B+C-T) \times F}{W} \times 1000$$

B : 空試験に要した1/10Nアルコール性KOHのml数  
C : 試料を中和するに要する1/10Nアルコール性KOHの  
ml数  
T : 逆滴定に要した1/10Nアルコール性KOHのml数  
F : 1/10Nアルコール性KOHの力値  
W : 試料の重量(g)

尚、末端がエポキシ基であるハロゲン化ビスフェノール  
Aジグリシルエーテル、例えばテトラブロモビスフェノー  
ルAジグリシルエーテル[エポキシ価: 171 (mgKOH/g)]  
と、末端がフェノール性OH基であるハロゲン化ビスフェ  
ノールA、例えばテトラブロモビスフェノールA[フェノ  
ール性酸価: 206 (mgKOH/g)]とを反応させると、重  
合が進むにつれてエポキシ基及びフェノール性OH基が消  
費されて減少するので、エポキシ基及びフェノール性OH  
基の残存量は高分子量化の指標である。

本発明に用いられる高分子量ハロゲン化ビスフェノール  
A型エノキシ樹脂は、エポキシ価が10 (mgKOH/g)以  
下、フェノール性酸価が10 (mgKOH/g)以下で、更にエ  
ポキシ価とフェノール性酸価の和が10 (mgKOH/g)以  
下であるような高分子量体であり、当該エノキシ樹脂の  
エポキシ価及びフェノール性酸価が10より大きい場合、

換算すると分子量が小さくなる場合は、当該エノキシ樹  
脂が繊維表面へブリードしてきて、それが洗濯等により消  
失する為、次第に難燃効果が低下するだけでなく、特にエ  
ポキシ価が大きい場合は、ハロゲン化エノキシ樹脂を添  
加した熱可塑性樹脂組成物の溶融粘度の上昇や部分ゲル物  
の発生等により安定した紡糸が難しくなり、一方フェノ  
ール性酸価が大きい場合は繊維の熱着色が起りやすくなり、  
いずれも好ましくない。

高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型エノキシ樹脂  
のハロゲン含有率は、大となる程前記ポリエステル樹脂或  
いはポリアミド樹脂に対する添加量を低減せざるで繊  
維物性面より有利であり、好ましいハロゲン含有率は20  
重量%以上、特に好ましくは30~70重量%である。

尚、当該高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型エノ  
キシ樹脂は末端基がエポキシ基又はフェノール性OH基

であるが、更にこれらの末端エポキシ基又はフェノール  
性OH基がカルボン酸類、アルコール類、フェノール類、  
アミン類又はイソシアネート類等で封鎖されたような変性  
物も包含するものである。

難燃剤成分たる当該エノキシ樹脂の使用量は、前記ポ  
リエステル樹脂或いはポリアミド樹脂の100重量部(以  
下、単に「部」と略記する。)に対して3~80部、好ま  
しくは5~50部なる範囲が適當である。この使用量が3  
部未満となると充分な難燃効果が得られなく、逆に80部  
を超えるようになると難燃繊維の強度や熱的性質が低下す  
るので何れも好ましくない。

また、高分子量ハロゲン化ビスフェノールA型エノキ  
シ樹脂を単独で添加しても難燃効果を発揮するが、必要に  
応じ相乗的に難燃性を高める難燃助剤を併用してもよい。  
このような難燃助剤の代表的なものには、三溴化アンチモ

ン、五酸化アンチモン、ビロアンチモン酸ソーダ、二酸化錫、メタ硼酸亜鉛、水酸化アルミ、酸化ジルコニウム、酸化モリブデンなどがある。ただし、酸化アンチモンは難燃相乗効果の大きい難燃助剤であるが、ポリエチレンテレフタレートに併用した場合、熱分解を促進する作用を有する為、使用量、分散状態、溶融紡糸条件等に配慮が必要である。

更に本発明の難燃性合成繊維を製造する際に、他の添加剤として結晶核剤、顔料、染料、可塑剤、滑剤、帯電防止剤、耐熱安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等を用いてもよく、成いは他の難燃剤や他種のポリマーを併用してもよい。

難燃剤、難燃助剤成いは各種添加剤はポリエステル又はポリアミドの製造開始から紡糸に至る任意の段階で添加すればよいか、重合終了後、溶融紡糸前の段階が適当である。

難燃剤の添加方法としては、ポリマーに直接配合して溶融紡糸してもよいし、一旦均一溶融ペレット化してから紡糸してもよいし、更には予め作った難燃剤の高濃度マスター・バッチを配合して溶融紡糸してもよい。

本発明の難燃性合成繊維を得る溶融紡糸方法は特に規定されたものではなく、公知の方法が適用される。

難燃剤はポリマーに均一に分散された状態で紡糸されてもよいし、芯-鞘構造をとり、高濃度の難燃剤を含むポリマーの芯を難燃剤を含まないポリマー層で鞘状に包みこむよう紡糸してもよい。

本発明で得られる難燃性ポリエスティル樹脂や難燃性ポリアミド樹脂は耐久性のある優れた難燃性を有し、衣料、カーテン、カーペット、壁装用クロス、自動車内装材、工業用機器等に広く用いられる。

次に本発明を参考例、実施例及び比較例により具体的に

説明するが、以下に於いて「部」及び「%」は断りのない限り「重量部」及び「重量%」を意味するものとする。

尚、実施例に記載の燃焼試験は素材が燃え続けるに必要な最低酸素濃度で表示する酸素指数（LOI）法〔JIS K-7201〕に準じ、ガラス繊維を縫い込んだ難燃織物試料をU字型保持具に取り付けて測定した。

参考例1（高分子量奥素化ビスフェノールA型フェノキシ樹脂の調製例）

エポキシ当量370なるテトラプロモビスフェノールAシグリシジルエーテル740部、テトラプロモビスフェノールA495部およびテトラメチルアンモニウムクロライドの10%水溶液0.6部をフラスコに仕込んで、150℃で3時間、さらに180℃で2時間反応させた時点で、バットに取り出して冷却固化させ、次いで粉碎させて淡黄色の粉末を得た。

ここに得られた生成物は軟化点が130℃で、エポキシ価（ $\text{mg KOH/g}$ ；以下同様）が4.0で、フェノール性酸価（ $\text{mg KOH/g}$ ；以下同様）は2.8であつた。

次いで、この生成物の1000部に対してテトラメチルアンモニウムクロライド1.0部を加えて混合したのち、5.0mmの単軸ペント付き押出機にて200℃で、樹脂が機内に2分間滞留するようにスクリューの回転数を調整して、さらに反応を行なつた。

しかるのち、放冷固化して得られた高分子量テトラプロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂を粉碎させて淡黄色の粉末とした。

かくして得られた樹脂は軟化点が190℃、エポキシ価が5.5、フェノール性酸価が2.5で両者の和は8.0であり、臭素含有率は52.5%であつた。

また、ASTM D-1238に従つて、この目的樹脂の

特開昭60-71713(7)

200℃でのフローレート(g/10分; 以下同様)を測定した結果は4.4であつた。

参考例2 (比較対照用の臭素化フェノキシ樹脂の調製例)

テトラブロモビスフェノールAおよびテラメチルアンモニウムクロライド水溶液の使用量をそれぞれ290部および10部に、かつ、180℃での反応時間を4時間に変更した以外は、参考例1と同様にして軟化点が125℃、エボキシ価が4.5、フェノール性酸価が1.0、両者の和が4.6、臭素含有率が5.2%でかつフローレートが250である淡黄色をした比較対照用のテトラブロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂を得た。

実施例1

固有粘度0.65(オルトクロロフェノール溶媒25℃測定)のポリエチレンテレフタレート100部に参考例1で得た高分子量テトラブロモビスフェノールA型フェノキシ

樹脂25部を均一に混合し、270~280℃に設定したダルメージ型スクリューを有する単軸押出機により溶融押出しを行ないペレット化した。このペレットを270~280℃に設定したスクリュー式押出し紡糸機により溶融紡糸を行ない、次いでこれを3.5倍に延伸し、75デニールのモノフィラメントを得た。紡糸工程中、離燃剤の昇華は認められず、また目づまりによる单糸切れ等も発生せず、安定に紡糸することができた。モノフィラメントの物性は切断、強度が4.6g/デニール、伸度が27%であつた。燃焼試験を行つた結果、プランクのフィラメントから得られた織物の酸素指数(LOI)が2.0で可燃性であるのに對し、本実施例のフィラメントから得られた織物のLOI値は2.9で難燃性のランクに入るものであつた。また、本実施例のフィラメントから得られた織物をトリクレンで室温下3時間洗浄したが重量変化はなく、耐ドライクリー

ンク性にも優れていた。

実施例2

固有粘度0.8(フェノール/オルトクロロエタン=6/4溶媒、30℃測定)のポリブチレンテレフタレート100部に参考例1で得た高分子量テトラブロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂20部及び三溴化アンチモン5部を均一に混合し、250℃に設定したダルメージ型スクリューを有する単軸押出機により溶融押出しを行ないペレット化した。このペレットを250℃に設定したスクリュー式押出し紡糸機により溶融紡糸を行ない、次いで3.5倍に延伸して75デニールのモノフィラメントを得た。紡糸工程は実施例1の場合と同じく離燃剤の昇華や单糸切れ等が認められず安定していた。

燃焼試験による本実施例のフィラメントからなる織物のLOI値は3.2(プランクのフィラメントからなる織物の

LOI値は2.1)で難燃性のランクに入るものであつた。またトリクレンによる抽出減量がないことから耐ドライクリーニング性にも優れていた。

比較例1

参考例1のフェノキシ樹脂の代わりに参考例2で得たテトラブロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂を用いた以外は実施例1と同様にして溶融押出しを行い、ペレットを得た。このペレットを用いて270~280℃で溶融紡糸を行つたところ、溶融粘度の上昇、ゲル物の発生による单糸切れが認められ、安定した紡糸作業性が得られず、長時間の紡糸はできなかつた。

実施例3

ナイロン6(平均分子量約20,000)のペレット100部及び参考例1で得られた高分子量テトラブロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂30部を実施例1と同様にして

(但し、温度条件は260℃に変更)、75デニールの難燃ナイロン・モノフィラメントを得た。紡糸工程はトラブルがなく安定していた。

燃焼試験を行つた結果、プランクのフィラメントからなる繊物のLOI値が22であるのに対し、本実施例のフィラメントからなる繊物のLOI値は29で難燃性ランクに入るものであつた。又、更に本実施例のフィラメントからなる繊物は洗濯やドライクリーニングによる難燃剤の溶出は殆んどなかつた。

## 実施例4

ナイロン6(平均分子量約20,000)のペレット100部、参考例1で得られた高分子量テトラプロモビスフェノールA型フェノキシ樹脂30部及び三酸化アンチモン20部を実施例1と同様にして(但し、温度条件は260℃に変更)、75デニールの難燃ナイロン・モノフィラメント

を得た。紡糸工程はトラブルがなく安定していた。

燃焼試験を行つた結果、本実施例のフィラメントからなる繊物のLOI値は33(プランクのフィラメントからなる繊物のLOI値は22)で難燃性ランクに入るものであつた。又、更に本実施例のフィラメントからなる繊物は洗濯やドライクリーニングによる難燃剤の溶出は殆んどなかつた。

代理人弁理士 高橋勝利